

## APPARATUS FOR GROWING SINGLE CRYSTAL AND METHOD FOR GROWING SINGLE CRYSTAL USING THE SAME

Patent Number: JP6227890  
Publication date: 1994-08-16  
Inventor(s): FUJIWARA TOSHIYUKI; others: 05  
Applicant(s):: SUMITOMO METAL IND LTD  
Requested Patent: ☐ JP6227890  
Application Number: JP19930043301 19930205  
Priority Number(s):  
IPC Classification: C30B15/10 ; C30B15/02 ; C30B15/20 ; H01L21/208  
EC Classification:  
Equivalents:

### Abstract

**PURPOSE:** To improve the productivity of silicon single crystal without breaking a crucible even in case the electric power supplied to the heater is changed sharply.

**CONSTITUTION:** A crucible 1 is made up of (A) a bottomed cylindrical quartz inner layer vessel 1b 7mm thick and (B) a graphite outer layer vessel 1a engaged outside the vessel 1b. A silicon single crystal stock packed in the crucible 1 is melted by both upper and lower heaters 2a, 2b provided outside the crucible 1 followed immediately by stopping the electric power feed to the lower heater 2b to develop a solid layer S, and the aimed silicon single crystal is grown from a melt layer L coexisting on the solid layer S.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

Ref. #17  
99-3590 (2702)  
Hariprasad Sreedharamurthy  
09/757,121

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平6-227890

(43) 公開日 平成6年(1994)8月16日

(51) Int.Cl.<sup>5</sup>

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

C 3 0 B 15/10

15/02

15/20

H 0 1 L 21/208

P 9277-4M

審査請求 未請求 請求項の数 2 F D (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平5-43301

(22) 出願日 平成5年(1993)2月5日

(71) 出願人 000002118

住友金属工業株式会社

大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号

(72) 発明者 藤原 俊幸

大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号

住友金属工業株式会社内

(72) 発明者 小林 純夫

大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号

住友金属工業株式会社内

(72) 発明者 宮原 俊二

大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号

住友金属工業株式会社内

(74) 代理人 弁理士 河野 登夫

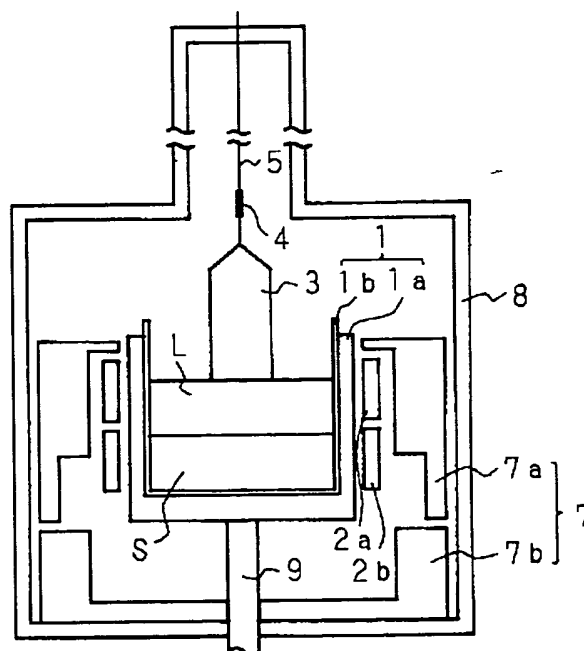
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 単結晶成長装置及びこの装置を用いた単結晶成長方法

(57) 【要約】

【目的】 ヒータへの供給電力を急峻に変更した場合でも坩堝が破損せず、シリコン単結晶の生産性が向上する。

【構成】 坩堝1は有底円筒状の厚さ7mmの石英製の内層容器1bと、この内層容器1bの外側に嵌合されたグラファイト製の外層容器1aとから構成されている。坩堝1の外側に配設された上側ヒータ2a及び下側ヒータ2bにより、坩堝1内に充填されたシリコン単結晶原料を溶融した後、直ちに下側ヒータ2bへの供給電力を零に減少させて固体層Sを形成し、その上に共存する溶融層Lからシリコン単結晶を成長させる。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 石英製の坩堝内にシリコン単結晶原料を充填し、前記坩堝周囲の上下方向に複数設置されたヒータ夫々へ電力を供給することにより、前記シリコン単結晶原料を熔融し、前記坩堝底部から上側へ向けて熔融液を凝固させて固体層を形成し、該固体層上の熔融層から単結晶を引上げて成長させる単結晶成長装置において、前記坩堝の厚みが略7mm～15mmであることを特徴とする単結晶成長装置。

【請求項2】 請求項1記載の装置を用い、前記シリコン単結晶を熔融した後、下側に設置されたヒータへの供給電力を、前記シリコン単結晶原料を熔融する電力から熔融液を凝固させる電力へ低下させることを特徴とする単結晶成長方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、ドーパントを添加したシリコン単結晶の成長装置及びこの装置を用いた単結晶成長方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 単結晶成長方法には種々の方法があるが、その一つにチョクラスキー法（以後CZ法とい\*

$$C_s = K_e \cdot C_l \cdot (1 - f_s)^{1/(1 - f_s)}$$

但し  $K_e$  : 実効偏析係数

$C_s$  : 結晶中ドーパント濃度

$C_l$  : 結晶引上げ開始時熔融液中ドーパント濃度

$f_s$  : 結晶引上げ率（使用単結晶原料重量に対する結晶重量の比）

【0005】 このドーパントの偏析を抑制する方法として熔融層法が知られている。図3は熔融層法に用いられる単結晶成長装置の模式的断面図である。この図において、ヒータ2が電力供給を独立的に行える上側ヒータ2aと下側ヒータ2bとで構成され、坩堝1上部の外側に同心円筒状に配設されている以外は、図2に示したCZ法に用いられる単結晶成長装置とほぼ同様であり、同部分に同符号を記して構造の説明を省略する。

【0006】 坩堝1内には単結晶原料が充填されており、熔融液からなる熔融層Lの下層に熔融液と略同材質の固体層Sを坩堝1底部から上向きに形成し、共存させた状態で熔融層Lに種結晶4を浸し、これを引き上げて単結晶3を成長させるようになっている。このとき、固体層Sをヒータ2の制御で上側から下側に向かい一定速度で熔融することにより、結晶成長に伴い生じる偏析を抑制し、ドーパントの濃度上昇を抑制することができる。

【0007】 このような熔融層法には、熔融層厚一定法及び熔融層厚変化法があり、熔融層厚一定法には以下の2つの方法がある。1つは、固体層Sを形成した後、その上に共存する熔融層Lにドーパントを含有させて、単結晶3引上げに伴って固体層Sを熔融し、熔融層Lの体

\*う)がある。図2は従来のCZ法に用いられる単結晶成長装置を示す模式的断面図である。

【0003】 図中1は図示しないチャンバ内に配設された坩堝を示している。坩堝1は有底円筒状をなす石英製の内層容器1bと、この内層容器1bの外側に嵌合されたグラファイト製の外層容器1aとから構成されている。坩堝1の外側にはヒータ2が同心円筒状に配設されている。坩堝1にはヒータ2により熔融された単結晶原料の熔融液Lが充填されており、引上げ軸（ワイヤ）5にて吊り下げた種結晶4をこの熔融液L中に浸し、この種結晶4を回転させつつ上方に引き上げることににより、種結晶4の下端に熔融液Lを凝固させて単結晶3を成長させるようになっている。

【0004】 このような方法で単結晶3を成長させる場合に、単結晶3の電気伝導型及び電気抵抗率を調整するために熔融液L中にドーパントを添加する。例えばシリコンの単結晶の場合はドーパントとしてリンを使用するが、ドーパントは(1)式で示すPfannの式に従って単結晶3の引上げ方向に偏析し、このリンの偏析により単結晶3の電気抵抗率が一定にならず、電気抵抗率の規格値に対する製品の歩留りに限界を生じていた。

$$\dots (1)$$

積を一定に保ちながら結晶3中に取り込まれた量と同量のドーパントを熔融層Lに連続的に添加し、熔融液中のドーパント濃度を一定に保つ方法（特公昭34-8242号公報、特公昭62-880号公報）であり、もう1つは、ドーパントを含有させて固体層Sを形成し、単結晶3引上げに伴い固体層Sを熔融しながら引上げ中に熔融層Lにドーパントを添加せず、熔融層Lの体積を一定に保つことにより熔融液中のドーパント濃度を一定にする方法（特公昭62-880号公報、特開昭62-252989号公報）である。

【0008】 そして、熔融層厚変化法には以下の2つの方法がある。1つは、固体層Sを形成した後、その上に共存する熔融層Lにドーパントを含有させて、単結晶3引上げに伴って固体層Sを熔融し、単結晶3引上げ中に熔融層Lにはドーパントを添加せず、熔融層Lの体積を変化させることにより熔融液L中のドーパント濃度を一定に保つ方法であり、本願出願人が特公平3-79320号公報にて提案している。そして、もう1つは、ドーパントを含有させて固体層Sを形成し、単結晶3引上げに伴い固体層Sを熔融しながら引上げ中に熔融層Lにドーパントを添加せず、熔融層Lの体積を変化させることにより熔融液中のドーパント濃度を一定にする方法であり、本願発明者が特願平4-183263号にて提案している。

【0009】 また、本願出願人は、上述した図2に示すようなヒータ2を上下方向に複数配設した結晶成長装置を提案している（特願平3-26163号）。この複数のヒータ2への供給電力を独立的に制御することにより、坩

堦1内での原料の溶解、固体層Sの形成及び単結晶3引上げ中の固体層Sの溶解速度の制御等を容易にすることができる。

【0010】このような溶解層厚一定法及び溶解層厚変化法において、ドーパントを含有させて固体層Sを形成する場合は勿論、溶解層だけにドーパントを含有させる場合も、堦1内に充填した結晶用材料を全て溶解し、堦1底部側から上側に向かい溶液を凝固させる方法が用いられている。これは以下の理由によるものである。

【0011】単結晶原料は、高純度の多結晶のロッド又はロッドを破砕した塊、小片若しくは顆粒を単独又は併用して用いる。この単結晶原料を堦内に充填したときは40～70%の充填率となり、従ってかなりの空隙が単結晶原料間に存在することになる。このように充填した単結晶原料を溶解しながら単結晶を引上げた場合は、固体部分に存在する空隙に溶液が落ち込み、空隙中に浸透する。このために溶液表面が揺動し、単結晶中に欠陥が生じる。また、単結晶原料であるシリコン多結晶の表面のシリコン酸化膜が完全に除去されていない場合には、シリコン酸化膜が例えばSiO<sub>2</sub>の形でガス化され空隙中で凝縮する。ここへ溶液が到達すると凝縮物が溶液中を浮遊して単結晶に付着し、結晶欠陥を生じる。このような理由により、溶解層だけにドーパントを含有させる場合でも、単結晶原料を全て溶解した後、再び堦1底部側から上側に向かい固体層Sを形成することが通常である。

【0012】ところで、図3に示した結晶成長装置にてシリコンの単結晶3を成長させる場合に、単結晶原料が全て溶解された状態では、堦1の周囲に配設された上側ヒータ2a及び下側ヒータ2bに、この状態に適した電力が供給されている。即ち単結晶原料の温度がシリコンの融点以上の温度に保持されるような電力が夫々のヒータ2a、2bに供給されている。そしてこの状態から、下側ヒータ2bへの供給電力を減少して堦1底部の単結晶原料の温度を低下させ、固体層Sを形成するようになっている。

【0013】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、下側ヒータ2bへの供給電力を短時間に減少した場合、例えば供給電力を零に変化させた場合に、固体層Sを形成する途中で石英製の堦1の底部分が破損し、堦1内の融液が洩れ出すという現象が発生した。これは、シリコンは融液状態から凝固する際に9%程度の体積膨張を生じ、さらに冷却された際に体積収縮を生じるために、短時間で溶液を凝固させた場合に、堦1底面に密着していた融液の体積膨張・収縮が短時間に起こり、堦1に引っ張り・圧縮応力が付与されるからである。この堦1の破損により、単結晶3の引上げが行えないばかりでなく、装置の故障を誘発するという問題があった。

【0014】また、これを防止するためにヒータへの供給電力の変更時間を長くした場合は、堦1底部の単結晶原料の温度を徐々に冷却するために長時間を要し、シリコン単結晶の生産性が低いという問題があった。

【0015】本発明は、かかる事情に鑑みてなされたものであり、ヒータへの供給電力を短時間で低下させ、溶液の凝固を迅速化した場合でも堦が破損せず、シリコン単結晶の生産性を向上させる単結晶成長装置及びこの装置を用いた単結晶成長方法を提供することを目的とする。

【0016】

【課題を解決するための手段】本発明に係る単結晶成長装置は、石英製の堦内に単結晶原料を充填し、前記堦周囲の上下方向に複数設置されたヒータ夫々へ電力を供給することにより、前記単結晶原料を溶解し、前記堦底部から上側へ向けて溶液を凝固させて固体層を形成し、該固体層上の溶解層から単結晶を引上げて成長させる単結晶成長装置において、前記堦の厚みが略7mm～15mmであることを特徴とする。

【0017】本発明に係る単結晶成長方法は、厚みが略7mm～15mmの石英製の堦内に単結晶原料を充填し、前記堦周囲の上下方向に複数設置されたヒータ夫々へ電力を供給することにより、前記単結晶原料を溶解し、前記堦底部から上側へ向けて溶解層を凝固させて固体層を形成し、該固体層上の溶解層から単結晶を引上げて成長させる単結晶成長装置を用い、前記単結晶を溶解した後、下側に設置されたヒータへの供給電力を、前記単結晶原料を溶解する電力から前記溶液を凝固させる電力へ低下させることを特徴とする。

【0018】

【作用】本発明の単結晶成長装置及びこの装置を用いた単結晶成長方法では、石英製の堦の厚みを、堦が破損しない7mm程度から堦の製造限界の15mm程度までとしたので、固体層を凝固させる際に下側に設置されたヒータへの供給電力を短時間で低下させ、堦に引っ張り・圧縮応力を付与しても、堦が破損することはない。また、短時間で固体層を形成するのでシリコン単結晶の生産性を向上させる。

【0019】

【実施例】以下、本発明をその実施例を示す図面に基づき具体的に説明する。図1は、本発明の単結晶成長装置の模式的断面図である。図中1は水冷式のチャンバ8内に配設された堦を示している。堦1は有底円筒状をなす石英製の内層容器1bと、この内層容器1bの外側に嵌合されたグラファイト製の外層容器1aとから構成される二重構造になっている。堦1上部の外側には上側ヒータ2aが同心円筒状に配設され、その下方に下側ヒータ2bが同じく同心円筒状に配設されて、これらの上下方向間隔は所望の間隔に調整できるようになっている。上側ヒータ2a及び下側ヒータ2bの外側には保温筒7

a, 7bが配置されている。そして、坩堝1の底部中央にはチャンバ8の底部を貫通して軸9が連結されており、軸9によって坩堝1を回転しつつ昇降できるようになっている。そしてチャンバ8の上方に接続されたワイヤ5がチャンバ8内に導入されており、その下端には種結晶4が固定されている。

【0020】このような構造の本発明装置に装着する坩堝の厚みを決定するために、種々の厚みの坩堝1を装着した上述と同様構造の装置を用い、以下(表1、表2及\*

\*び表3)に示す条件でシリコン単結晶原料を溶解した後、溶解液を凝固させて、石英製の厚みの差による坩堝1の破損状態を調べた。まず、寸法がφ6"×H8"で厚み2.5mmである坩堝1の内層容器1b内に多結晶シリコン塊(≤100mm)の単結晶原料5kgを充填させ、以下の表1に示す条件で固体層Sを形成した。

【0021】

【表1】

表 1

単結晶原料	多結晶シリコン塊 (≤100mm) 5 kg
石英製坩堝	φ6"×H8" 厚み 2.5mm
ヒータ	上側ヒータ φ215mm×φ193mm×H80mm 下側ヒータ φ215mm×φ193mm×H80mm 上下方向間隔 8mm
全融液保持時の供給電力	上側ヒータ 13.0kW 下側ヒータ 15.0kW
引上げ時の供給電力	上側ヒータ 23.3kW 下側ヒータ 0

【0022】即ち、坩堝1内にシリコン単結晶原料を充填し、寸法がφ215mm×φ193mm×H80mmの上側ヒータ2aへの供給電力を13.0kW、これより下方8mm離隔させた、寸法がφ215mm×φ193mm×H80mmの下側ヒータ2bへの供給電力を15.0kWとして、充填された単結晶原料を全て溶解した。この後、下側ヒータ2bへの供給電力を零として坩堝1底部から上向きに固体層Sを凝固させる。このとき上側ヒータ2aへの供給電力は、種結晶4 30を回転させつつ上昇させて単結晶3を成長させることが可能な程度の23.3kWとする。このような条件で下側ヒータ※

※タ2bの供給電力の変更に要する時間を10秒、1時間、4時間、10時間の4通りで夫々2回ずつ固体層Sを凝固させた。また、下側ヒータ2bの供給電力の変更に時間当たり一定の減少率となるようにした。

【0023】次に、以下の表2に示す条件で、寸法がφ6"×H8"で厚み2.5mmである坩堝1の内層容器1bを備えた上述の構造の結晶成長装置を用いて、固体層Sを形成した。

【0024】

【表2】

表 2

単結晶原料	多結晶シリコン塊 (≤100mm) 5 kg
石英製坩堝	φ6"×H8" 厚み 5.0mm
ヒータ	上側ヒータ φ215mm×φ193mm×H80mm 下側ヒータ φ215mm×φ193mm×H80mm 上下方向間隔 8mm
全融液保持時の供給電力	上側ヒータ 13.0kW 下側ヒータ 15.0kW
引上げ時の供給電力	上側ヒータ 22.7kW 下側ヒータ 0

【0025】このとき、下側ヒータ2bの供給電力変更に要する時間を10秒で8回、1時間で2回、4時間で2回行った。以上の結果を表3に示す。

【0026】

【表3】

表 3

従来例	変更時間	10 秒	1 時間	4 時間	10時間
厚み2.5mm	破損回数	2/2回	2/2回	2/2回	2/2回
比較例	変更時間	10 秒	1 時間	4 時間	
厚み5.0mm	破損回数	1/8回	0/2回	0/2回	

【0027】表3に示すように、坩堝1の内層容器1bの厚みが従来例の2.5mmと比較例の5.0mmの場合を比較すると、厚み5.0mmの坩堝1の方が熔融液の凝固に伴う坩堝1の破損状態が軽減されており、内層容器1bの厚みを厚くすることにより、坩堝1の破損を防止できることが予想される。

【0028】そして、更に厚い7.0mmの厚みで寸法がφ16"×H14"である坩堝1の内層容器1b内に多結晶シリ\*

\*コン塊(≤100mm)の単結晶原料60kgを充填させ、以下の表4に示す条件で、シリコンの単結晶3を成長させた。このとき、下側ヒータ2bの供給電力変更に要する時間を1分で30回、1時間で2回行った。この結果も表4に示す。

【0029】

【表4】

表 4

単結晶原料	多結晶シリコン塊(≤100mm) 60kg		
石英製坩堝	φ16"×H14" 厚み 7.0mm		
ヒータ	上側ヒータ φ460mm×φ508mm×H150mm 下側ヒータ φ460mm×φ508mm×H150mm 上下方向間隔 10mm		
全融液保持時の供給電力	上側ヒータ	43.0kW	
	下側ヒータ	43.0kW	
引上げ時の供給電力	上側ヒータ	72.7kW	
	下側ヒータ	0	
結 果	変更時間	1 分	1 時間
	破損回数	0 / 30回	0 / 2 回

【0030】この結果から明らかなように、下側ヒータへの供給電力を1分という短時間で43.0kWから零まで減少した場合でも、30回中1度も坩堝に破損が生じなかった。そして、実施例で使用した坩堝は寸法がφ16"×H14"、厚みが7.0mmであり、従来例及び比較例よりも大型である。この坩堝は充填される単結晶原料の量が多く熱容量が大きいために、下側ヒータ2bの急峻な供給電力の変更による影響を長く受けることになり、寸法がφ6"×H8"の坩堝よりも大きな応力が付与されと考えられる。このことから、寸法がφ16"×H14"より小さな坩堝1では、厚みが7.0mm以上であれば、シリコン単結晶原料の膨張・収縮に伴う坩堝1の破損を生じないことが判る。

【0031】また、坩堝1の厚みが15mm程度より厚い場合は、坩堝の製造時に原料コストが増し、坩堝の形状を安定させることが困難となるために好ましくない。

【0032】これらのことから、φ16"×H14"までの

寸法で厚みが7.0mm～15mm程度の石英製坩堝を用いてシリコン単結晶を成長する際は、ヒータ2の供給電力を急峻に変更し前記固体層を形成しても、坩堝1の破損を防止することができる。

【0033】なお、本実施例では単結晶原料を熔融した後、下側ヒータ2bの供給電力を零としているが、これに限るものではなく、熔融液が凝固する程度の供給電力であっても良い。

【0034】また、本実施例でヒータ2は、上側ヒータ2a及び下側ヒータ2bが配設されているが、これに限るものではなく、上下方向に3個以上のヒータが配設されても良い。

【0035】

【発明の効果】以上のように、本発明においては、厚みが7.0mm～15mm程度の坩堝を用いることにより、下側に設置されたヒータへの供給電力を短時間で低下させ、坩堝に短時間で大きな応力が付与されても、破損せずに

シリコン単結晶を成長できる。また、熔融液の凝固を迅速化できるので生産性を向上させる等、本発明は優れた効果を奏するものである。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の結晶成長装置の模式的断面図である。

【図2】従来のCZ法に用いられる単結晶成長装置を示す模式的断面図である。

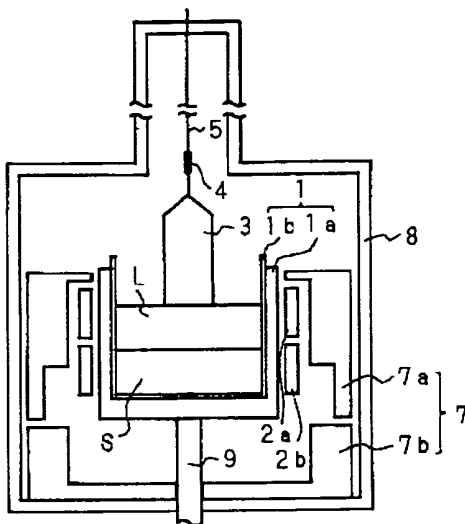
【図3】熔融層法に用いられる単結晶成長装置の模式的

断面図である。

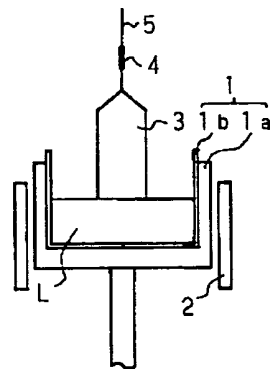
【符号の説明】

- 1 坩堝
- 2 a 上側ヒータ
- 2 b 下側ヒータ
- 3 単結晶
- L 熔融層
- S 固体層

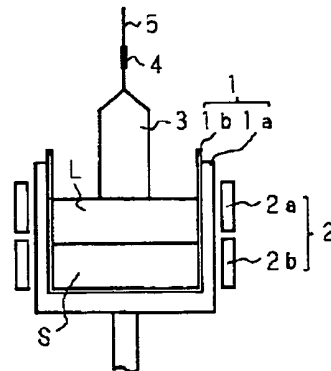
【図1】



【図2】



【図3】



フロントページの続き

(72)発明者 久保 高行  
大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号  
住友金属工業株式会社内

(72)発明者 藤原 秀樹  
大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号  
住友金属工業株式会社内

(72)発明者 稲見 修一  
大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号  
住友金属工業株式会社内